

DEC 03 2003

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

IN RE APPLICATION OF: Tsutomu IDE, et al.

GAU:

SERIAL NO: 10/629,766

EXAMINER:

FILED: July 30, 2003

FOR: MAGNETIC RECORDING MEDIUM

REQUEST FOR PRIORITY

COMMISSIONER FOR PATENTS
ALEXANDRIA, VIRGINIA 22313

SIR:

- ☐ Full benefit of the filing date of U.S. Application Serial Number , filed , is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §120.
- ☐ Full benefit of the filing date(s) of U.S. Provisional Application(s) is claimed pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119(e): Application No. Date Filed
- ☒ Applicants claim any right to priority from any earlier filed applications to which they may be entitled pursuant to the provisions of 35 U.S.C. §119, as noted below.

In the matter of the above-identified application for patent, notice is hereby given that the applicants claim as priority:

<u>COUNTRY</u>	<u>APPLICATION NUMBER</u>	<u>MONTH/DAY/YEAR</u>
JAPAN	2002-220802	July 30, 2002

Certified copies of the corresponding Convention Application(s)

- ☒ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee
- ☐ were filed in prior application Serial No. filed
- ☐ were submitted to the International Bureau in PCT Application Number
Receipt of the certified copies by the International Bureau in a timely manner under PCT Rule 17.1(a) has been acknowledged as evidenced by the attached PCT/IB/304.
- ☐ (A) Application Serial No.(s) were filed in prior application Serial No. filed ; and
- ☐ (B) Application Serial No.(s)
- ☐ are submitted herewith
- ☐ will be submitted prior to payment of the Final Fee

Respectfully Submitted,

OBLON, SPIVAK, McCLELLAND,
MAIER & NEUSTADT, P.C.


Norman F. Oblon

Registration No. 24,618

Frederick D. Vastine
Registration No. 27,013



22850

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日 2 0 0 2 年 7 月 3 0 日
Date of Application:

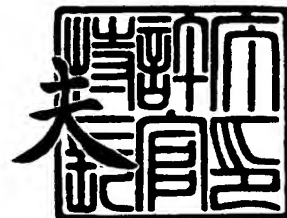
出 願 番 号 特 願 2 0 0 2 - 2 2 0 8 0 2
Application Number:
[ST. 10/C]: [J P 2 0 0 2 - 2 2 0 8 0 2]

出 願 人 T D K 株 式 会 社
Applicant(s):

2 0 0 3 年 8 月 1 5 日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今 井 康



【書類名】 特許願

【整理番号】 99P04333

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G11B 5/735

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都中央区日本橋一丁目 1 3 番 1 号 ティーディーケー
 イ株式会社内

 【氏名】 井出 勉

【発明者】

 【住所又は居所】 東京都中央区日本橋一丁目 1 3 番 1 号 ティーディーケー
 イ株式会社内

 【氏名】 山崎 勝彦

【特許出願人】

 【識別番号】 000003067

 【氏名又は名称】 ティーディーケー株式会社

 【代表者】 澤部 肇

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 005153

 【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

 【物件名】 明細書 1

 【物件名】 図面 1

 【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 磁気記録媒体

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 非磁性支持体の一方の面に少なくとも非磁性層と前記非磁性層上に磁性層が設けられ、他方の面にバックコート層が設けられている磁気記録媒体であって、

前記バックコート層は非磁性粉末として少なくとも、カーボンブラックとアルミナを含有し、前記アルミナを除く前記非磁性粉末 100 重量部に対する前記アルミナの含有量 (x) 重量部、及び、

断面が正方形である角柱状のセンダストバーの長手方向と前記磁気記録媒体の走行方向が直行するように、前記バックコート層表面に前記センダストバーの角部を、前記磁気記録媒体の走行方向に対して垂直に、進入角度 12 度まで押し込んだ状態で、単位幅当たり 0.526 N/cm の張力で支持し、走行速度 0.3 m/s で前記磁気記録媒体の長さ 50 m 分を 1 往復させた際における、前記センダストバーの摩耗により形成された面の走行方向の幅長さ (バックコート層の研磨能) (y) μm が、

x y 直交座標軸でグラフを描いたときに下記の 4 つの式に囲まれた範囲内であることを特徴とする磁気記録媒体。

$$y = 4.6x + 12.2 \quad \dots (1)$$

$$y = 4.1x + 10.8 \quad \dots (2)$$

$$y = 13 \quad \dots (3)$$

$$y = 17 \quad \dots (4)$$

【請求項 2】 前記バックコート層に含まれる前記アルミナの平均粒径が、0.15 ~ 0.23 μm である請求項 1 記載の磁気記録媒体。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、バックコート層を有する磁気記録媒体に関し、より詳しくは、耐久性に優れ、且つ磁性層とバックコート層が擦れ合う際に、磁性層を傷つけないバ

ックコート層を有する磁気記録媒体に関する。

【0002】

【従来の技術】

ビデオテープやコンピュータ記憶装置用の磁気記録媒体は、磁気ヘッドを介して情報が記録・再生される。このときテープ型の磁気記録媒体では、直接磁気ヘッドや走行経路にあるガイドピン、ガイドロール、キャプスタン、ピンチローラ等と接触しながら走行する方式をとっているため、磁性層やバックコート層は常に摩耗しやすい環境にある。特に、バックコート層設置の目的の一つは走行安定性であり、磁気記録媒体の走行経路はバックコート層とガイドピン等とが接触するように配置されていることが多く、このため長時間の磁気記録媒体の走行において、ガイドピン等との接触に対するバックコート層の耐久性が問題となっている。

【0003】

一般的に、バックコート層の耐久性を改善するためにアルミナなどのモース硬度の高い無機顔料をバックコート層に含有させることが知られている。例えば、特開平10-312530号公報には、バックコート層にモース硬度7以上の無機質粉体を含有し、且つこの無機質粉体は、平均粒径0.12～0.70 μm の範囲にあるものが個数換算で95%以上を占めることを特徴とする磁気記録媒体が提案されている。また、特開平11-86267号公報には、バックコート層の最上バックコート層以外の層（中間バックコート層）に平均粒径が上記バックコート層の膜厚よりも小さいモース硬度5以上の研磨材として無機粉末を含有し、上記最上バックコート層にはモース硬度5以上の無機粉末を実質上含有しないことを特徴とする磁気記録媒体が提案されている。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

特に近年のコンピュータ記憶装置用の磁気記録媒体では、高記録密度化にともない電磁変換特性やエラーの改善のために磁性層の薄膜化と平滑性が求められていると同時に、記憶装置の信頼性のために磁気記録媒体に今まで以上の耐久性が要求されている。

【0005】

しかし、アルミナをバックコート層に含有させると、バックコート層の耐久性は改善されるがバックコート層の研磨能（バックコート層を対象物と接触させた際に、バックコート層が対象物を削る能力）が高くなる。磁気記録媒体はカートリッジ内にロール状に巻き取られている状態から、記録再生のためにカートリッジ内から引き出され記憶装置内の走行経路を通り、再び装置内またはカートリッジ内でロール上に巻き取られるため、バックコート層の研磨能が高いと何度もロール状に巻き取られる際に、磁性層とバックコート層が擦れ合い、特に薄膜且つ平滑な磁性層は傷つけられてしまう可能性があることを発見した。この傷はエラーの原因となると同時に、傷から発生した破片が磁気ヘッドの目詰まりの原因や、ガイドピン等に堆積することにより走行を不安定させる原因となる。

【0006】

そこで本発明は、バックコート層にアルミナ含有させて耐久性を改善する際に、バックコート層の研磨能を低く抑えた磁気記録媒体を提供することを目的とする。

【0007】

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するための本発明の磁気記録媒体は、非磁性支持体の一方の面に少なくとも非磁性層とその非磁性層上に磁性層が設けられ、他方の面にバックコート層が設けられている磁気記録媒体であって、バックコート層は非磁性粉末として少なくとも、カーボンブラックとアルミナを含有し、アルミナを除く非磁性粉末100重量部に対するアルミナの含有量（ x ）重量部及び、断面が正方形である角柱状のセンダストバーの長手方向と磁気記録媒体の走行方向が直行するように、バックコート層表面にセンダストバーの角部を、磁気記録媒体の走行方向に対して垂直に、進入角度12度まで押し込んだ状態で、単位幅当たり0.526 N/cmの張力で支持し、走行速度0.3 m/sで磁気記録媒体の長さ50 m分を1往復させた際における、センダストバーの摩耗により形成された面の走行方向の幅長さ（バックコート層の研磨能）（ y ） μm が、 x y 直交座標軸でグラフを描いたときに下記の4つの式（1）～（4）に囲まれた範囲内であること

を特徴とする。

$$y = 4.6x + 12.2 \quad \dots (1)$$

$$y = 4.1x + 10.8 \quad \dots (2)$$

$$y = 13 \quad \dots (3)$$

$$y = 17 \quad \dots (4)$$

【0008】

バックコート層に含まれるアルミナの平均粒径は、 $0.15 \sim 0.23 \mu\text{m}$ であることが好ましい。

【0009】

このような構成により、バックコート層にアルミナ含有させて耐久性を改善する際に、バックコート層の研磨能を低く抑えることができる。

【0010】

バックコート層にモース硬度の高いアルミナを含有させるのは、バックコート層内部に大きな平均粒径の粉体を入れることによる塗膜の補強効果と、表面に露出したアルミナによる耐摩耗性改善の効果があるためである。しかし、表面に露出した研磨剤はモース硬度の高いほど耐摩耗性改善に効果があるが、同時にバックコート層の研磨能を高くするため、磁性層とバックコート層が接触し擦れ合う際に磁性層を傷つけてしまう可能性がある。

【0011】

磁性層を傷つけないようにアルミナの含有量を少なくすると、バックコート層の研磨能は低くなるが、補強効果も耐摩耗性も小さくなる。また、アルミナの平均粒径を小さくすると、表面に存在するアルミナは他の無機粉末や結合剤樹脂の間に埋もれ、十分に表面に露出しなくなるため研磨能は低くなるが、バックコート層内に存在するアルミナの補強効果も小さくなり十分な耐久性が得られない。

【0012】

そこで本発明では、アルミナをバックコート層に含有させることでバックコート層の耐久性を改善するとともに、バックコート層の研磨能を低く抑えることにより、磁性層が傷つくことを防ぐことができる。この方法として、当業者が従来適用するアルミナと比較して研磨能の低いアルミナを用いることにより、補強効

果と耐摩耗性を持つのに十分な量を含むさせても、バックコート層の研磨能が磁性層を傷つけるまでに高くなることを防ぐことができる。

【0013】

アルミナの研磨能として、次の相対研磨能の評価を用いることができる。まず試験するアルミナ2重量部と水98重量部によりアルミナスラリーを作製し、このアルミナスラリーを定量供給しながら、マンガンジंकフェライト単結晶(111)面をバフ上で研磨し、単位時間あたりの研磨量(単結晶の削れた長さ)を測定する。これを標準試料の研磨量と比較し相対研磨能とする。ここで標準試料は住友化学(株)製AKP20を使用し、この相対研磨能を100とした。

【0014】

相対研磨能の低いアルミナとしては、例えば、大明化学工業(株)製のTM-DR、TM-DA、TM-DARなどが挙げられる。これらのアルミナは粒子が球状に近く、大きな角部を持たないため相対研磨能が低いと考えられる。これらのアルミナの好ましい含有量は、アルミナを除く非磁性粉末100重量部に対するアルミナの含有量(x)重量部、及び断面が正方形である角柱状のセンダストバーの長手方向と磁気記録媒体の走行方向が直行するように、バックコート層表面にセンダストバーの角部を、磁気記録媒体の走行方向に対して垂直に、進入角度12度まで押し込んだ状態で、単位幅当たり0.526N/cmの張力で支持し、走行速度0.3m/sで磁気記録媒体の長さ50m分を1往復させた際における、センダストバーの摩耗により形成された面の走行方向の幅長さ(y)(バックコート層の研磨能)μmが、x-y直交座標軸でグラフを描いたときに下記の4つの式(1)~(4)に囲まれた範囲内で表される。この範囲を図1に斜線で示す。

【0015】

$$y = 4.6x + 12.2 \quad \dots (1)$$

$$y = 4.1x + 10.8 \quad \dots (2)$$

$$y = 13 \quad \dots (3)$$

$$y = 17 \quad \dots (4)$$

【0016】

大明化学（株）製のアルミナで平均粒径の最も大きいTM-DR（平均粒径0.23 μm ）は、含有量0.2重量部（上記範囲での（x）の最小値）でもバックコート層の補強効果と耐摩耗性を得ることができる。これより含有量が少ないと十分な補強効果と耐摩耗性が得られない。1.0重量部を越えるとバックコート層の研磨能が高くなり過ぎ磁性層を傷つけてしまう。このTM-DRの含有量とバックコート層の研磨能の関係が上記（1）式を表す。平均粒径の最も小さいTM-DAR（平均粒径0.15 μm ）では、平均粒径が小さいために十分な補強効果と耐摩耗性を得るためにTM-DRよりも多い含有量が必要であり、0.55重量部以上含有させることにより補強効果と耐摩耗性が得られる。しかし、1.45重量部を超えるとバックコート層の研磨能が高くなり過ぎ磁性層を傷つけてしまう。このTM-DARの含有量とバックコート層の研磨能の関係が上記（2）式を表す。

【0017】

平均粒径が0.23 μm より小さくなるに従って、その小さいアルミナの（x）（y）関係式は（1）式から（2）式へと変化する。従ってTM-DRとTM-DARの間の平均粒径であるTM-DAの含有量（x）とバックコート層の研磨能（y）は、x y 直行座標軸に描いたときに（1）式と（2）式の間に書かれる。

【0018】

TM-DRより大きい平均粒径で且つ相対研磨能の低いアルミナは現在ないが、これより大きい平均粒径では相対研磨能が大きくなり、補強効果を持つのに十分な量を含有させたときに、研磨能が高くなり過ぎると考えられる。また、TM-DARより小さい平均粒径で且つ相対研磨能の低いアルミナは現在ないが、これより小さい平均粒径では補強効果が小さく十分な耐久性が得られにくいと考えられる。従って、これらの相対研磨能の低いアルミナの平均粒径は0.15～0.23 μm が好ましい。

【0019】

平均粒径が0.15～0.23 μm のアルミナであっても、相対研磨能の高いアルミナでは上記範囲をはずれ、十分な補強効果と耐摩耗性が得られる含有量に

すると磁性層を傷つけてしまう。また、平均粒径 $0.15\ \mu\text{m}$ 未満では十分な補強効果と耐摩耗性が得られない。

【0020】

なお、アルミナの平均粒径は、走査型電子顕微鏡 (SEM) を使用し、倍率 20000 倍で球形のアルミナの粒径を 100 個測定しその平均値とした。

【0021】

バックコート層の研磨能の測定は、コンピュータ用記憶装置システムの一つである 3.81mm 幅、ヘリカル走査記録、情報交換用磁気テープカートリッジ、DDS-4 様式、テープ長 150m の規格にある磁性層の研磨能測定方法 (ECMA-288 Annex H: Tape abrasivity measurement procedure) に従って測定した。

【0022】

図2に示すように、断面が正方形である角柱状のセンダストバーをその長手方向が上記磁気記録媒体の走行方向と直行するように配置し、次に、バックコート層表面にセンダストバーの角部を、磁気記録媒体の走行方向に対して垂直に、進入角度 12 度まで押し込む。その後、単位幅当たり $0.526\ \text{N/cm}$ の張力で支持した磁気記録媒体を走行速度 $0.3\ \text{m/s}$ で、長さ 50m 分を 1 往復させる。センダストバーは $6.0 \times 6.0 \times 25.0\ \text{mm}$ の断面が正方形である角柱状のセンダストバー (トーキン (株) 製、センダストバー (Fe-Si-Al 合金)、商品名: ブロック、材質: SD-5) を使用する。また、測定環境は相対湿度 $50 \pm 10\% \text{RH}$ とする。

【0023】

図3に示すように、この際、センダストバーの角部が磁気記録媒体との摩耗により削られ、削られることにより形成された面の走行方向の幅長さ (y) μm をバックコート層の研磨能とする。

【0024】

バックコート層の研磨能が $13\ \mu\text{m}$ 未満だと走行においてガイドピン等との接触によりバックコート層に傷が発生する。この傷によりバックコート層の摩擦が上昇し走行が不安定となりエラーを生じる原因となる。また傷から発生する破片

が磁気ヘッドの目詰まりの原因や、またガイドピン等に堆積することにより走行を不安定にする原因となる。このバックコート層の研磨能 $13\ \mu\text{m}$ が上記 (3) 式を表す。

【0025】

バックコート層の研磨能が $17\ \mu\text{m}$ を超えると何度もカートリッジ内や装置内でロール状に巻き取られ、磁性層とバックコート層がお互いに擦り合う際に磁性層に傷が入りエラーの原因となる。また傷から発生する破片が磁気ヘッドの目詰まりの原因や、またガイドピン等に堆積することにより走行を不安定にする原因となる。このバックコート層の研磨能 $17\ \mu\text{m}$ が上記 (4) 式を表す。

【0026】

上記 (1) ~ (4) 式に囲まれた範囲の特性をもつバックコート層は、優れた耐久性を備えるとともに、バックコート層の研磨能が低く抑えられるため磁性層とバックコート層が擦れ合う時に磁性層を傷つけない。

【0027】

【発明の実施の形態】

以下、本発明の磁気記録媒体の具体的な構成につき詳細に述べるが、本発明においては、アルミナの含有量とバックコート層の研磨能が上記の条件を満足するものであれば、その材料や構成、塗布方法は以下の記載に制限されない。

【0028】

非磁性支持体としては、ポリエステル、ポリアミドなど公知のものをを用いることができ、特に制限されるものではない。

【0029】

バックコート層は、主として非磁性粉末と結合剤樹脂からなり、走行安定性の改善や磁性層の帯電防止のために、非磁性支持体の非磁性層および磁性層を形成する面の他方の面に設けられる。非磁性粉末としてはカーボンブラック、アルミナの他に例えば、炭酸カルシウム、酸化チタン、硫酸バリウム、ヘマタイト、ゲーサイト、その他各種研磨剤などの各種非磁性粉末を用いることができる。カーボンブラックとしてはファーネスブラック、サーマルブラック、アセチレンブラック等公知のものが用いられ、特に制限されるものではない。アルミナは、バック

クコート層の研磨能が高くなり過ぎなることを抑えるため上記のように相対研磨能の低いアルミナを使用することが好ましい。

【0030】

バックコート層用の結合剤としては、熱可塑性樹脂、熱硬化型樹脂、電子線硬化型樹脂など公知のものをを用いることができ、特に制限されるものではない。これらの結合剤樹脂を硬化させる架橋剤としては、例えば熱硬化型樹脂の場合は、公知の各種ポリイソシアネートを用いることができる。

【0031】

また、バックコート層には必要に応じ、界面活性剤等の分散剤、高級脂肪酸、高級脂肪酸エステル、高級脂肪酸アミド等の潤滑剤、その他の各種添加物を添加してもよい。バックコート層形成用の塗料は、上記成分にメチルエチルケトン、トルエン、シクロヘキサノンなどの有機溶剤を加えることにより調整される。用いる有機溶剤に特に制限はない。

【0032】

バックコート層を製造する工程は、公知の方法に従い混練工程、分散工程、およびこれらの工程の前後に必要な応じて設けた混合工程とからなる。バックコート層は非磁性支持体上に公知の塗布方法によって塗料が塗布される。非磁性支持体上にバックコート層が設けられる面には、バックコート層と非磁性支持体の接着性向上等の目的で下塗り層（易接着層）を設けることもできる。また非磁性支持体上にコロナ放電等の公知の非接触表面処理を行うこともできる。このようにして塗布された塗料は、通常乾燥炉等の内部に設けられた公知の乾燥手段によって乾燥、固定される。乾燥した後に、必要に応じて表面平滑化処理としてカレンダー処理を行う。また結合剤樹脂の硬化を促進するために、熱硬化処理および／または電子線照射処理を施しても構わない。

【0033】

バックコート層の厚さは、0.1～1.0 μm が好ましい。厚さが1.0 μm を超えても走行安定性は変わらず、逆にバックコート層の残留溶剤が多くなることで塗膜強度が低下し、またカップリング（テープ型の磁気記録媒体の幅方向の断面を見たときに、断面が平坦または弧状になる程度）がバックコート層側に引つ

張られることで大きく磁性層側が凸の弧状となり、磁気ヘッドへの当たりが悪化する。また、 $0.1\mu\text{m}$ 未満だと、アルミナの平均一次粒径よりも小さいため、アルミナがすべて表面に露出することでバックコート層の研磨能が高くなり過ぎる。

【0034】

非磁性層は、主として非磁性粉末と結合剤樹脂とにより構成され、非磁性支持体上に設けられる。非磁性層に用いる非磁性粉末としては、ヘマタイトやゲーサイトなどの針状非磁性粉末や、炭酸カルシウム、酸化チタン、硫酸バリウム、アルミナ等公知の各種無機質粉末を用いることができる。また、非磁性層にはカーボンブラックを用いることが好ましい。このカーボンブラックとしては、ファーンズブラック、サーマルブラック、アセチレンブラック等の公知のものを用いることができる。

【0035】

非磁性層用の結合剤としては、熱可塑性樹脂、熱硬化型樹脂、電子線硬化型樹脂など公知のものを用いることができ、特に制限されるものではない。これらの結合剤樹脂を硬化させる架橋剤としては、例えば熱硬化型樹脂の場合は、公知の各種ポリイソシアネートを用いることができる。

【0036】

また、非磁性層中には必要に応じて、研磨剤や、界面活性剤等の分散剤、高級脂肪酸、高級脂肪酸エステル、高級脂肪酸アミド等の潤滑剤、カーボンブラック、その他の各種添加物を添加してもよい。非磁性層形成用の塗料は、上記成分にメチルエチルケトン、トルエン、シクロヘキサノンなどの有機溶剤を加えることにより調整される。用いる有機溶剤に特に制限はない。

【0037】

非磁性層を製造する工程は、公知の方法に従い混練工程、分散工程、およびこれらの工程の前後に必要なに応じて設けた混合工程とからなる。非磁性層は非磁性支持体上に公知の塗布方法によって塗料が塗布される。非磁性支持体上に非磁性層が設けられる面には、非磁性膜と非磁性支持体の接着性向上等の目的で下塗り層（易接着層）を設けることもできる。また非磁性支持体上にコロナ放電等の公

知の非接触表面処理を行うこともできる。このようにして塗布された塗料は、通常乾燥炉等の内部に設けられた公知の乾燥手段によって乾燥、固定される。このようにして乾燥した後、必要に応じて表面平滑化処理としてカレンダ処理を行う。また結合剤樹脂の硬化を促進するために、熱硬化処理および／または電子線照射処理を施しても構わない。

【0038】

磁性層は、主として強磁性粉末と結合剤樹脂とからなり、非磁性支持体上に設けられた非磁性層上に形成される。強磁性粉末としては、例えば、マグネタイト、バリウムフェライト等の酸化物粉末や、鉄、コバルト、ニッケル等の金属あるいはこれらの合金の金属粉末など公知のものをを用いることができ、特に制限されるものではない。

【0039】

磁性層用の結合剤樹脂としては、熱可塑性樹脂、熱硬化型樹脂、電子線硬化型樹脂など公知のものをを用いることができ、特に制限されるものではない。これらの結合剤樹脂を硬化させる架橋剤としては、例えば熱硬化型樹脂の場合は、公知の各種ポリイソシアネートなどを用いることができる。

【0040】

また、磁性層中には必要に応じて、研磨剤や、界面活性剤等の分散剤、高級脂肪酸、高級脂肪酸エステル、高級脂肪酸アミド等の潤滑剤、カーボンブラック、その他の各種添加物を添加してもよい。磁性層形成用の塗料は、上記成分に、例えば、メチルエチルケトン、トルエン、シクロヘキサノンなどの有機溶剤などを加えることにより調整される。用いる有機溶剤に特に制限はない。

【0041】

磁性層を製造する工程は、公知の方法に従い混練工程、分散工程、およびこれらの工程の前後に必要に応じて設けた混合工程とからなる。磁性層は非磁性支持体上に非磁性層が形成された後、その上に公知の塗布方法によって塗料が塗布される。このようにして塗布された塗料は、通常乾燥炉等の内部に設けられた公知の乾燥手段によって乾燥、固定される。この際、磁場を印加することにより強磁性粉を配向または無配向にすることができる。また、必要に応じて磁性層上に潤

滑剤塗膜や磁性層保護用の各種塗膜などを設けてもよい。このようにして乾燥した後、必要に応じて表面平滑化処理としてカレンダ処理を行う。また結合剤樹脂の硬化を促進するために、熱硬化処理および／または電子線照射処理を施しても構わない。

【0042】

各層の形成の順序は、磁性層が非磁性層上に形成されるならば特に制限はされない。また、各層の熱硬化処理および／または電子線照射処理は、各層がそれぞれ形成された後でも、すべての層が形成された後でも構わない。すべての層が形成された後切断を行い、磁気記録媒体を作製する。また、必要に応じて研磨処理やクリーニング処理を施しても構わない。

【0043】

【実施例】

以下、本発明の具体的実施例を比較例とともに説明するが、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

【0044】

(実施例1)

(非磁性層用塗料)

針状ヘマタイト (α -FeOOH) . . . 80.0重量部

(長軸長: 0.1 μ m、結晶子径 12 nm)

カーボンブラック . . . 20.0重量部

(三菱化学(株)製、#950B、平均粒径: 17 nm、BET値: 250 m²/g、DBP吸油量: 70 ml/100 g、pH: 8)

塩化ビニル樹脂 . . . (固形分) 11.0重量部

(東洋紡績(株)製、TB-0246、塩化ビニルーエポキシ含有モノマー共重合体、平均重合度: 310、過硫酸カリ使用S含有量: 0.6% (質量%)、2-イソシアネートエチルメタクリレート(MOI)を使用して日本ゼオン社(株)製MR110をアクリル変性したもの、アクリル含有量: 6モル/1モル)

ポリウレタン樹脂 . . . (固形分) 9.0重量部

(東洋紡績(株)製、TB-0216、ヒドロキシ含有アクリル化合物-ホスホ

ン酸基含有リン化合物ーヒドロキシ含有ポリエステルポリオール、平均分子量：
13000、P含有量：0.2%（質量%）、アクリル含有量：8モル／1モル
)

分散剤 . . . 1.2重量部

（東邦化学工業（株）製、RE610、フェニルホスホン酸）

研磨剤 . . . 4.0重量部

（住友化学工業（株）製、HIT60A、 α -アルミナ、平均粒径：0.22 μ m）

脂肪酸 . . . 0.5重量部

（日本油脂（株）製、NAA180）

脂肪酸アミド . . . 0.5重量部

（花王（株）製、脂肪酸アマイドS）

脂肪酸エステル . . . 1.0重量部

（日光ケミカルズ（株）製、ニッコールBS）

固形分濃度＝30.0%（質量%）

溶剤比：メチルエチルケトン／トルエン／シクロヘキサノン＝2／2／1（質量比）

【0045】

上記の材料（脂肪酸と脂肪酸アミドと脂肪酸エステルを除く）をニーダーで混練後、これを0.8mm径のジルコニアビーズ80%充填（空隙率50体積%）の横型ピンミルにて分散し、最後に脂肪酸と脂肪酸アミドと脂肪酸エステルと残りの溶剤を添加し、粘度調整を行った。その後平均孔径0.5 μ mのフィルターで濾過して非磁性用塗料を作製した。

【0046】

（磁性層用塗料）

強磁性粉末 . . . 100.0重量部

（鉄系針状磁性粉（Fe／Co／Al／Y＝100／24／5／8（原子比）、
Hc：189kA／m、 σ_s ：135Am²／kg、BET値：51m²／g、
長軸長：0.1 μ m）

塩化ビニル樹脂 . . . 14.0 重量部

(日本ゼオン(株)製、MR110(塩化ビニル共重合体))

ポリウレタン樹脂 . . . 2.0 重量部

(東洋紡(株)製、UR8700、ポリエステルポリウレタン)

分散剤 . . . 3.0 重量部

(東邦化学工業(株)製、RE610、フェニルホスホン酸)

研磨剤 . . . 4.0 重量部

(住友化学工業(株)製、HIT82、 α -アルミナ、平均粒径: $0.12\ \mu\text{m}$)

脂肪酸 . . . 1.2 重量部

(日本油脂(株)製、NAA180)

脂肪酸エステル . . . 1.0 重量部

(日光ケミカルズ(株)製、ニッコールBS)

固形分濃度 = 16% (質量%)

溶剤比: メチルエチルケトン/トルエン/シクロヘキサノン = 1/1/3 (質量%)

【0047】

上記の材料をニーダーで混練後、横型のピンミルにて分散し、最後に粘度調節を行った。このようにして得られた磁性層用塗料に硬化剤(日本ポリウレタン工業(株)製、コロネートL)4重量部を添加混合し、その後平均孔径 $0.5\ \mu\text{m}$ のフィルターで濾過して磁性層用塗料を作製した。

【0048】

(バックコート層組成)

カーボンブラック . . . 75.0 重量部

(キャボット社製、BP-800、平均粒径 $17\ \text{nm}$ 、DBP吸油量 $68\ \text{ml}/100\ \text{g}$ 、BET法による比表面積 $210\ \text{m}^2/\text{g}$)

カーボンブラック . . . 10.0 重量部

(キャボット社製、BP-130、平均粒径 $75\ \text{nm}$ 、DBP吸油量 $69\ \text{ml}/100\ \text{g}$ 、BET法による比表面積 $25\ \text{m}^2/\text{g}$)

炭酸カルシウム . . . 15.0 重量部

(白石工業(株)製、白艶華O、平均粒径 30 nm)

研磨剤(上記2種類のカーボンブラックと炭酸カルシウムの合計 100 重量部に対して) . . . 0.2 重量部

(大明化学工業(株)製、 α -アルミナ、TM-DR、平均粒径 0.23 μ m)

ニトロセルロース . . . 65.0 重量部

(旭化成工業(株)製、BTH1/2)

ポリウレタン樹脂 . . . 35.0 重量部

(脂肪族ポリエステルジオール/芳香族ポリエステルジオール = 43/53)

固形分濃度 = 11.5% (質量%)

溶剤比: メチルエチルケトン/トルエン/シクロヘキサノン = 50/40/10
(質量比)

【0049】

上記の材料をニーダーで混練後、これを 0.8 mm 径のジルコニアビーズ 80% 充填(空隙率 50 体積%)の横型ピンミルにて分散を行った。このようにして得られたバックコート層用塗料に、硬化剤(日本ポリウレタン工業(株)製、コロネート L) 4 重量部を添加混合し、この後平均孔径 0.5 μ m のフィルターで濾過してバックコート層用塗料を作製した。

【0050】

このようにして得られた非磁性層用塗料、磁性層用塗料およびバックコート層用塗料を用いて、下記の要領で磁気記録媒体を作製した。

【0051】

(塗布工程)

4.5 μ m 厚のポリアミド支持体上に、カレンダー加工後の厚みが 1.4 μ m になるように、非磁性層用塗料をノズルで塗布を行い、乾燥後プラスチックロールと金属ロールを組み合わせたカレンダー装置によりニップ数 1 回、加工温度 100 $^{\circ}$ C、線圧 3500 N/cm、速度 150 m/分で加工を行い、さらに 4.5 Mrad で電子線照射を行い非磁性層を形成した。

【0052】

この非磁性層上に、磁性層用塗料をカレンダー加工後の厚みが $0.15\mu\text{m}$ になるようにノズルで塗布を行い、 0.7T の磁界をかけて配向後、乾燥した。その後プラスチックロールと金属ロールの組み合わせたカレンダー装置によりニップ数 1 回、加工温度 100°C 、線圧 $3500\text{N}/\text{cm}$ 、速度 $150\text{m}/\text{分}$ で加工し磁性層を形成した。

【0053】

次に、磁性層の他方の面の非磁性支持体上にカレンダー加工後の厚みが $0.5\mu\text{m}$ になるようにバックコート層用塗料をノズルで塗布し乾燥した。その後プラスチックロールと金属ロールの組み合わせたカレンダー装置によりニップ数 1 回、加工温度 80°C 、線圧 $3500\text{N}/\text{cm}$ 、速度 $150\text{m}/\text{分}$ で加工しバックコート層を形成した。

【0054】

このようにして作製した磁気記録媒体原反を、 60°C で 48 時間放置して熱硬化を行った。その後 3.8mm 幅に切断し、DDS-4 用のカートリッジに組み込み、実施例 1 の磁気記録媒体 (DDS-4) を作製した。

【0055】

(実施例 2～8)

実施例 1 のバックコート層用塗料のアルミナを表 1 のように変更し、その他の条件は実施例 1 と同様にして、実施例 2～8 の磁気記録媒体を作製した。

【0056】

【表 1】

	実施例1	実施例2	実施例3	実施例4	実施例5	実施例6	実施例7	実施例8
研磨利種	TM-DR	TM-DR	TM-DR	TM-DAR	TM-DAR	TM-DAR	TM-DA	TM-DA
アルミナ平均粒径 (μm)	0.23	0.23	0.23	0.15	0.15	0.15	0.20	0.20
アルミナ相対研磨能	95	95	95	55	55	55	75	75
アルミナ添加量(x) (重量部)	0.20	0.50	1.00	0.55	1.00	1.45	1.00	0.78
バックコート層の研磨能(y) (μm)	13.1	14.4	16.8	13.1	15.0	16.8	15.6	14.8
磁性層表面観察	○	○	○	○	○	○	○	○
バックコート層表面観察	○	○	○	○	○	○	○	○

【0057】

(比較例 1～7)

実施例 1 のバックコート層用塗料のアルミナを表 2 のように変更し、その他の条件は実施例 1 と同様にして、比較例 1～7 の磁気記録媒体を作製した。

【0058】

【表2】

	比較例1	比較例2	比較例3	比較例4	比較例5	比較例6	比較例7
研磨剤種	無し	TM-DAR	従来種	従来種	従来種	TM-DA	TM-DAR
アルミナ平均粒径 (μm)	—	0.15	0.18	0.12	0.12	0.20	0.15
アルミナ相対研磨能	—	55	345	240	240	75	55
アルミナ添加量 (x) (重量部)	0	0.20	0.1	1.0	0.7	1.45	1.55
バックコート層の研磨能 (y) (μm)	12.0	12.3	13.2	19.8	16.8	18.2	17.1
磁性層表面観察	○	○	○	×	○	×	×
バックコート層表面観察	×	×	×	○	×	○	○

【0059】

このようにして作製した実施例1～8、比較例1～7の磁気記録媒体について下記の要領で、バックコート層の研磨能(1)と耐久性試験後の磁性層、バックコート層の表面観察の評価(2)を行った。

【0060】

(1) バックコート層の研磨能

図2は、本実施例に係るバックコート層の研磨能の測定方法を説明する断面図である。図2(a)に示すように、断面が正方形である角柱状のセンダストバー2をその長手方向が磁気記録媒体1の走行方向と直行するように配置する。次に、バックコート層表面にセンダストバー2の角部を、図2(b)に示すように、磁気記録媒体1の走行方向に対して垂直に、進入角度12度まで押し込む。その後、 $0.20\text{ N}/3.8\text{ mm}$ (単位幅当たり $0.526\text{ N}/\text{cm}$) の張力で支持した磁気記録媒体1を、走行速度 $0.3\text{ m}/\text{s}$ で、長さ50m分を1往復させた。センダストバー2は、 $6.0\times 6.0\times 25.0\text{ mm}$ の断面が正方形である角柱状のセンダストバー(トーキン(株)製、センダストバー(F e - S i - A l 合金)、商品名:ブロック、材質:SD-5)を使用した。このときの測定環境は、温度25℃、相対湿度50%RHであった。

【0061】

図3は、センダストバー2の摩耗した状態を表す斜視図である。図3に示すように、センダストバー2の角部が磁気記録媒体1との摩耗により削られ、削られることにより形成された面の走行方向の幅長さ(y) μm をコンパレーター(倍率800倍)で10点測定し、その平均値をバックコート層の研磨能とした。

2) 耐久性後の磁性層、バックコート層表面観察

【0062】

耐久性試験は、DDS-4様式のHP社製ドライブC1554Aを使用し、磁気記録媒体の一部に32MBのランダムデータを記録し、その後そのランダムデータを再生することを1回として、2000回繰り返した。

【0063】

耐久性試験の終了後、何度もカートリッジ内で巻き取られている部分の磁性層、バックコート層表面を400倍の顕微鏡にて走行方向に10cmずつ100箇所観察した。評価基準は、キズの発生が無いものを「○」、キズの発生が有るものを「×」とした。

【0064】

図4に、実施例と比較例のアルミナの含有量(x)とバックコート層の研磨能(y)の結果を示す。表1、表2と図4とより、耐久走行後実施例1～8の各磁

気記録媒体は、磁性層面にもバックコート層面にも傷が観察されず、耐久性が優れていることを示している。また、アルミナの含有量（ x ）とバックコート層の研磨能（ y ）が本発明の範囲を外れると、バックコート層の耐摩耗性や補強効果が十分でないためガイドピン等の接触によりバックコート層に傷が発生するか、またはバックコート層の研磨能が高くなり過ぎ磁性層に傷がつくことがわかる。

【0065】

以上、添付図面を参照しながら本発明の磁気記録媒体の好適な実施形態、実施例について説明したが、本発明はこれらの例に限定されない。いわゆる当業者であれば、特許請求の範囲に記載された技術的思想の範疇内において各種の変更例または修正例に想到し得ることは明らかであり、それらについても当然に本発明の技術的範囲に属するものと了解される。

【0066】

【発明の効果】

本発明の磁気記録媒体によれば、バックコート層にアルミナを含有させることによりバックコート層の耐久性を改善し、且つバックコート層の研磨能を低く抑えることで、磁性層とバックコート層が擦れ合う際に磁性層を傷つけることを防ぐことができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

アルミナの含有量（ x ）とバックコート層の研磨能（ y ）との関係を示す直線式（1）、（2）、（3）、（4）を示すグラフである。

【図2】

本実施例に係るバックコート層の研磨能の測定方法を説明するための断面図である。

【図3】

センダストバーの摩耗した状態を表す斜視図である。

【図4】

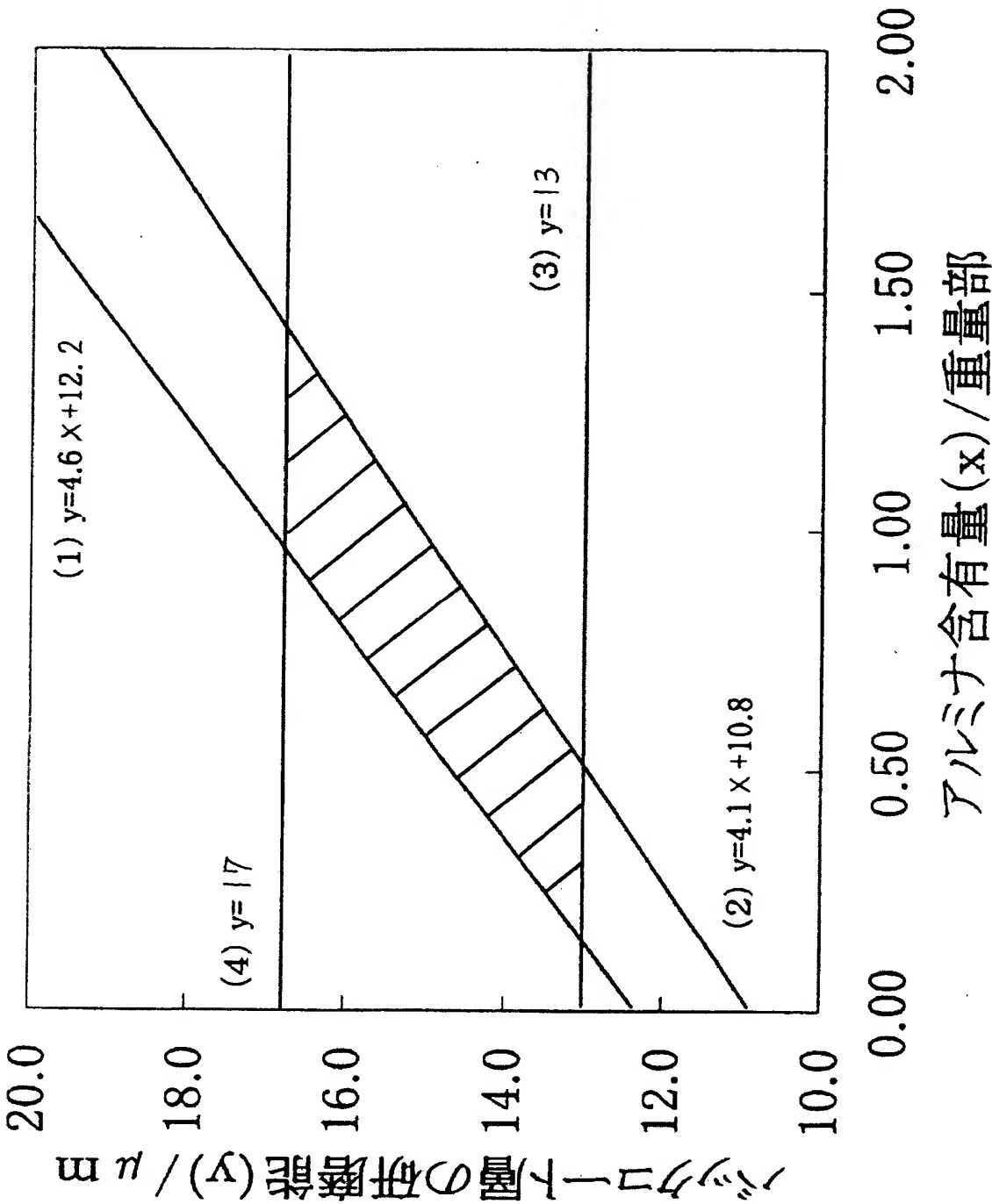
アルミナの含有量（ x ）とバックコート層の研磨能（ y ）との関係を示す直線式（1）、（2）、（3）、（4）と実施例と比較例を示すグラフである。

【符号の説明】

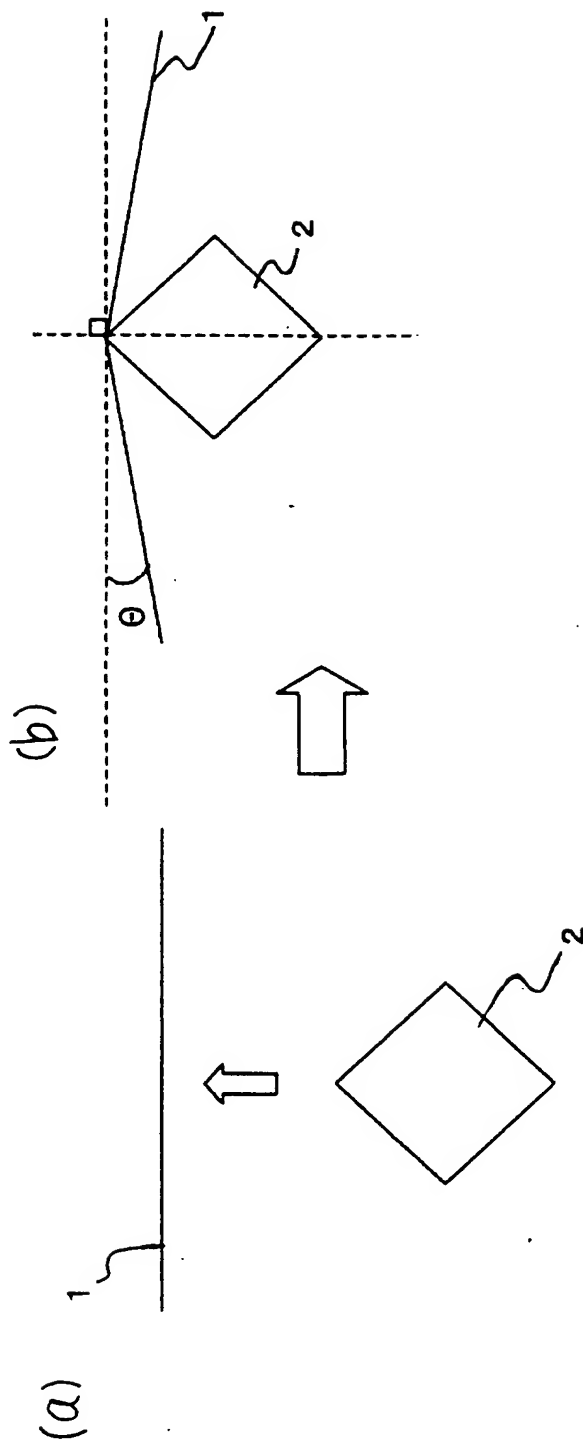
- 1 磁気記録媒体
- 2 センダストバー
- ⊙ 進入角度

【書類名】 図面

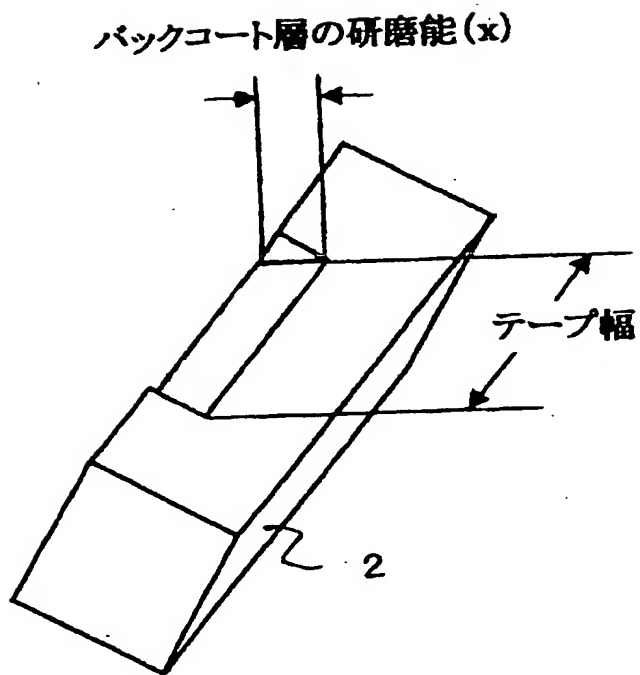
【図 1】



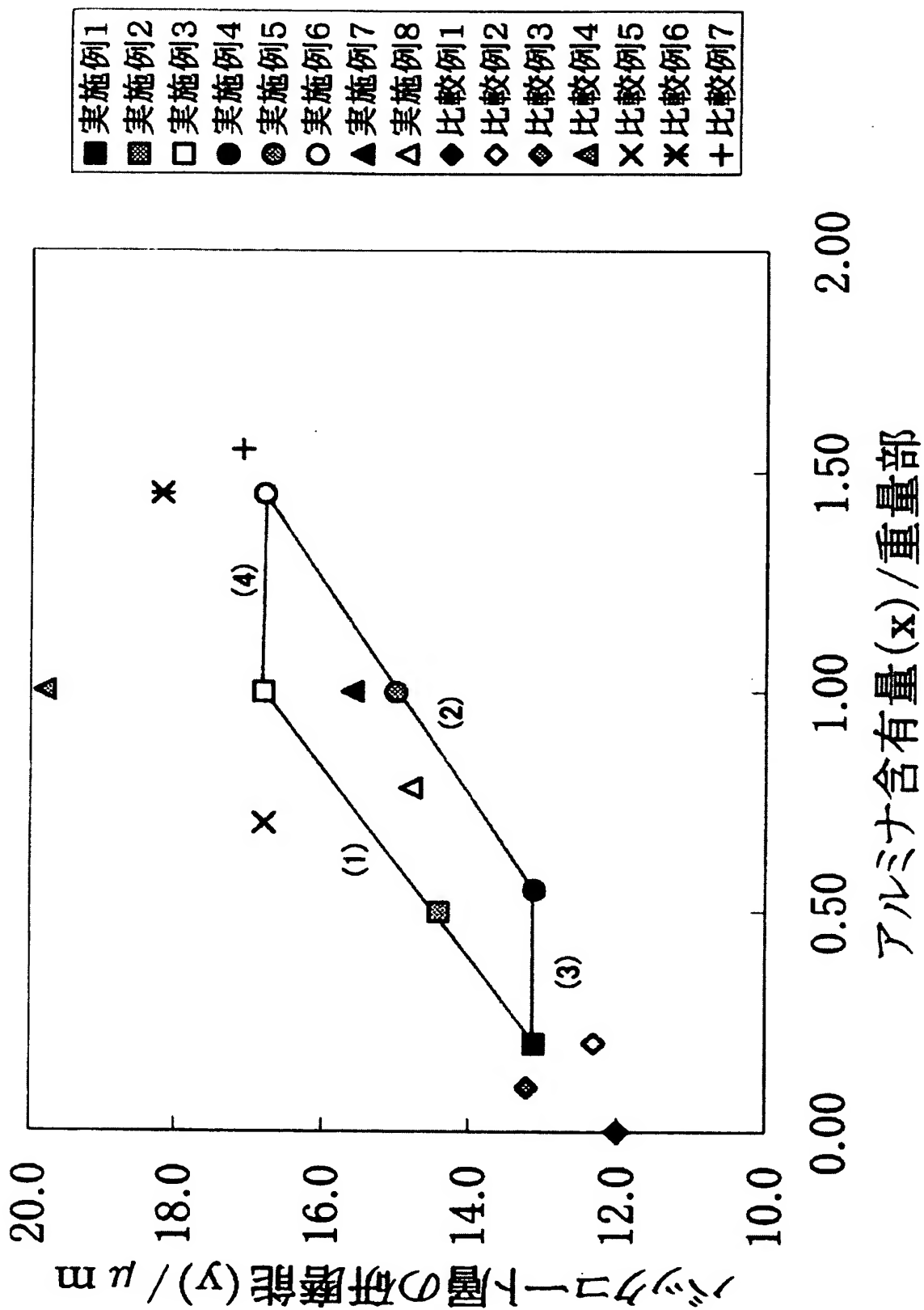
【図 2】



【図 3】



【図 4】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 バックコート層にアルミナ含有させて耐久性を改善する際に、バックコート層の研磨能を低く抑える。

【解決手段】 バックコート層は非磁性粉末として少なくともカーボンブラックとアルミナを含有し、アルミナの含有量（ x ）重量部及び、角柱状のセンダストバー 2 の角部を、バックコート層に垂直に進入角度 12 度まで押し込んだ状態で、単位幅当たり 0.526 N/cm の張力で支持し、走行速度 0.3 m/s で長さ 50 m 分を 1 往復させた際における上記センダストバーの摩耗により形成された面の走行方向の幅長さ（バックコート層の研磨能）（ y ） μm が、 x y 直交座標軸でグラフを描いたときに、4 式； $y = 4.6x + 12.2$ 、 $y = 4.1x + 10.8$ 、 $y = 13$ 、 $y = 17$ に囲まれた範囲内であることを特徴とする磁気記録媒体。

【選択図】 図 1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2 0 0 2 - 2 2 0 8 0 2
受付番号	5 0 2 0 1 1 2 1 8 0 3
書類名	特許願
担当官	第八担当上席 0 0 9 7
作成日	平成 1 4 年 7 月 3 1 日

< 認定情報・付加情報 >

【提出日】 平成14年 7月30日

次頁無

特願 2 0 0 2 - 2 2 0 8 0 2

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 0 0 3 0 6 7]

1 . 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 3 0 日

[変更理由]

新規登録

住 所

東京都中央区日本橋 1 丁目 1 3 番 1 号

氏 名

ティーディーケイ株式会社

2 . 変更年月日

2 0 0 3 年 6 月 2 7 日

[変更理由]

名称変更

住 所

東京都中央区日本橋 1 丁目 1 3 番 1 号

氏 名

T D K 株式会社